Low Laroge 1902 (2)

Paris, le 18 Juin 1902 18 JUIN 1902 de PARIS Monnem le Arrettem let look Luperiuse Ir Tharmacie & Paris J'ai l'honneur de sommettre a votre benvillance la former Las de ben vouloir me comprende parmi la liste de cons. dats an Frix Laroze pour legal fe vous remets inclus trois memoires: 10 Resetion de quelques acidos organiques 2. Dorage ? For Jans quelque provers tharmacentige; 3. Dray to bilicium saw & prosiliums aver um courbe graphigm. avec Despoir I'm awnied for outh reary. Marrien, l'expression de mon Lucier et respectuenz Jesocument: Donoes 6, zu à Coissy

Recherche et Dosage de l'Tode dans quelques produits organiques pharmaceutiques.

Ou cours de nos recherches sur le tetraiodopyrol (bhise de pharmacie 1901), nous avins été amené à faire un tris grand nombre de dosages de l'Tode dous he différents corps que nous avons obleme.

Dans with this . (p.12.) nous avious mine indique in quelques lignes, le de procédé que nous avions brouvé être plus ropide que celui de Carries, en tubes scellés. Nous avons, Espuis, applique cette methode à deux autres corps codés, bus employes un pharmacie, l'aristol et l'Indoforme.

Le principe est le suivant:
on debuit, l'édifice iodé, en le chauffant
ance de l'acide sulfunique Concentre, par
quelque con le produit se dissort d'abord, par
exemple, l'Isdal). lout l'Isda est mis en
librate, en le recueille donne une solution
tothai d'Isdame de potassium, el on le tetre à
l'hypomelfite suivant la methodes ordenaire.

Il y a plusieurs difficultes au mode operatoire:

a) Il faut éviter la formation de gaz sulfureux et employer pour cela un appareil entrement on never, en proserirant tout liège ou cavulchour. Nous donnous plus livis, la description de deux appareils qui nous out servi.

b). quelquefois, comme dans le cas de l'Irdol, tout l'Fode n'irt deplace qu'un prolongeaut l'action de l'acide sulfurique, et en attenquant le temperature d'ébullition de 50411. Foir en monuverient pour l'ibull en de cet acide, qui ut toujours difficult à règles. Dans le cas de l'Fodol, 1/2 molecule d'évide reste adherente et ne se deplace qu'à le longue.

c). Une certaine qualité d'Isde, peut echippe parce qu'ille le degage probablement sous forme is dhydrique: Il est donc necessaire d'apere en milien orgalant. Nous y sommes arrivis de seurs façons, la première, defertueme, consiste à spretter un peu de Mnot R pubrerin, à l'acide surfurique, mais les incommients d'un tel procéde soul any grands, qui que tout l'Isde presise être libére de la sort; le seured procéde, consiste à supplique la biose y de de manganese, que l'on agrette sous forme d'un cristal naturel de pyrolusite, de

fagon à ne l'attaquer que tie lentement, et ce qui produit un dezegement s'orggine Tuffisant au Contact de 20 Hz, ce qui empiche la formatione de l'ariote Todhydrigue, et un même temps, regularies parfaitement l'abellition de 204 Hz.

Dans de tells conditions, le degagement total

de l'Fo de se produit.

provint de ce que l'Iode se condence any pris de l'acide, el retombe undefrument dans l'appareil, on hen il se depose sur la parois de l'oppareil, on hen il se depose sur la parois de l'oppareil et il al d'officil de le separe pour le distructure dans kt. nous employeus l'artefice tris surple survent: on aprie dans un connant leul de yay corbinique d'ec, qui balaye et entraîne ane hii, les vapeurs d'évêt, que l'on recueille dans un barboteur a Jodere de pretassium.

nous ellous decrire maintenant les deux appareils qui nous ord dersi Luccessionnent pour ces dos ges.

It Celui qui nous a servi le premier et qui est le plus simple en aussi un peu moies prices que le second.

C'est un long tiebe a esais de 30 cm ouveron, dans lequel on introduit l'Iodol on toute autre matin à donc , un fragment de Muo E, puis avec un entormoir à longue douille, l'acide' suefurique Concentre: 10 ° à per pris. On entoure le tiers superiour, and un tube. de plomb parcourer par un Courant d'eau poide, puis on couvre l'extremile ouverte du tube d'essai, avec un verre de montre, ou mieux, un fond de ballow, que l'on remplit d'eau. on commence par chauffer tres danceren doncement et en agitant, de façon à dissondre, di possible, le derive iode, dons l'acide, puis on charffe lentement per qu'à l'ébullition, que l'on maintient quelque temps, funguia decoloration Complete de l'acide Sulfurique On Paine repoider,

lout l'Jode s'est depose sur les parons du bube, et di l'operation a élé menée bien regulièrement, il su doit y en avoir grime faible trace, on noiser par du tout, bur le verre de montre. On a mené l'ibrelliteone de façon a ce que la Condensation de to EH3 de fame au plus à 2 cm on 2 cm et denir que benies de la burfau de l'acide bouillant.

quand l'apparis ut froid, ou coupe, à l'aide d'un trait de time et d'ans pointe de feu, le tule au demn de l'acide, et out lave le verre de nuntre et le parlei Coupes avec de l'eau contenant del Fodure de potamism. On litre cotte solution iodée avec l'hypometite 20 (1" 20.00635 Fode)

II. Let apparist en plus Complique.

bird une connue tubulé, formée pas une bruchon de verre rodé à l'emeri, dans lequel passes un tube qui lei est soudé et qui se rend presque fugue au fond de la Cornue.



Le col ut recourbe a'angle descendant es se rend dans

em barboteen à KI.

Par la tubulure ou envie un courant de gay carbonique bis leut, bout a augmentera la vitem vers la fin. Le gay doit être de on opere comme précédenment.

Over ces appareils nous avons fait apoire

trois series de dosages d'Iode:

1' Leve l'Fodol elle Compais de notre thère:

2. Sur l'Todoforme

3. In l'aristol.

I. Dosage de l'Jodol.

Dans ce dorage, ou profite de la

Tolubilité de l'Fodol dans fo'411°

on oblient aires un liquide vert

qui permet une action plus Complete
est plus facile de l'acide fen l'Fodol.

Comme une l'avous deja dit, plus

hant, il font prolonger l'action

de 1544°, afur de deplacer totilement

1° Fodo.

La lkeour indique 88. 9 % d' Tode Par ce procede nous avous obline entre autres resultats, des chiffres tels que:

88.3 88.02 88.6 88.49 88.73 87.04 88.36 Voice pour les quatre derniers chiffres, le detail analytique: 10 = 7. 5019 + motiere = 7.6655 (lane Mature . 0.1636 Il a falle 22 . 8 hyposulfite N 22 48 × 0.00635 = 0.14478 Fode = 88.49 % 61 10 = 7-6655 = 7.4823 Mal : 0, 1832 29 "6 N = 0.16 46 Jode = 88.73 % 10 = 7.6655 = 7.3241 -Mat . 0.3414 46"8 " = 0.2971 = 87.04 %

10 = 4.3921 = 4.1824 Mat = 0.1897 26"4 = 0.1176 Fode = 88.36%

II. Dosage de l'Jodoforme. Il y a ca gulgres difficultes dies à la volatilisation facile de l'Todoforme, qui echoppe arisi à l'altague. Dans le cos du luke à lisais, on fait retouber le melange, quand l'appareil ul fivid, avec un peu de to 4112 verse Sen les bords y on recommence l'attaque. Dans le los du 2 em appareil, on chauffe tout doncement, Jans Co? Lout & Fode et l'Todoforme le Consensent tout près de 104H?. Par un monoement circulaire on lave le tour de la conne pour faire retomber to products Contains it on mene l'operation Comme el est decrit.

Theorie 96.70 % Tods. In chiffies four em peu moisis exact

et un peu faibles pour le vaisous ci dessus on a oftene : 98.94 % 95.90 96.05 96.4 96.6 96.4 98.01 Voice le détail des 4 derniers chiffres: 10 = 2.9912 2. 7864 mat. 0.2048 31" 1 20 = 0.19748 Tode 96.4% 10 = 2.9912 2 8143 mal .: 0. 1769 26 " = 0.170818 96.6 % 10 = 2.9912 = 2.8f10 mal 0.1402 21". 3 N = 0, 139 2 96.4%

10 = 6. 4406 6. 2127 mul: 0.2279 34.1 N = 0.216/39 Tode 98.01 % III. Dosage de l'aristol. L'aristol a mouille difficulement par l'acide sulfurique. Il faut prealablement le bien in corporer. d'operation ut regulière. Theorie: 46.18% To de Chiffres trouves : 49.96 46.08 Noin le détail : 10 = 7.4212 7.2888 mul 0.1324 ga 6 20 = 0.060g Toda 4.96 of 10 = 7.4212

he renume; mun voyous que pour la biois corps experiments, on obtient de resultat Lates fairants. Is l'on louisdere, qu'un donne l'arius ut peur ble, delicat a que que que que puis el le teruine par l'explosion du tute, Vante fort qu'il foul plusieurs heurs pour terminer un tet losage (l'estyme le l'ordel en tuts Icells par 125 H formant, réstient tobelement que vers cos' et v'est Complete qu'apres au moins beux heurs de chauffe), et que le procedé de cuit precesemment peut être

termine en mois d'une demicheure nous pensous qu'il presente alors quelque interêt:

Howe!

Dosage du Silicium dans les Terrosiliciums

Dans un pricident memoire, nous avious déjà donné le procidé de dos age electromagnetique du silicium dans les ferrosiliciums. Nous le reproduisous ci-lessau, en le completant par des chiffes pricis dans les vaisinages des deux donc Composis principaux du silicium avec le fir nous remisous de silicium avec le fir predemment obtenes avec ces derniers chiffes.

Nous avous opére su une mane de poids Constant, de forme geometrique à peu pris Constante, plaçeé à une distance invariable d'un electro-aimant, à flux cleetro magnetique egalement invariable c'ul à dire dont la puissance attractive reste la nime. Par suite, l'attraction peut être menure par deux pesses succession, ce qui simplifie l'opération au point devue de son application au laboratoire d'analyses.

au point de vue experimental,

be point delicat est-l'obtention d'une force attractive Constante. nous pouvous y arriver de deux façous : 1° en prenant un courant primaire agant une intensité fixe, c'est à dere, dont l'amperage et le voltage sont les mêmes pendant la durée de l'expérience. La force magnetomotrice étant exclusivement fonction du nombre d'ampères-tours, l'amperage Leul a besoin d'être rigoureusement fixe; 2º en se basant sur ce que, si l'intensité d'un Courant croît depuis ziro, le moment magné. tique de l'electro-aimant est sensiblement proportionnel à l'intensité du courant; puis cette dernière augmentant toujours, pour une certaine valeur, la proportionnalilé cesse, et, enfin, le moment reste invariable, des que le courant atteint une intensilé Treffisante. a partir de ce point, l'electro armant est dit sature, la force attractive est devenue maximum et par tuite sensiblement Constante. Il suffet d'envoyer dans l'électroaimant in Courant suffisamment intense, en observant la relation experimentale: L = 16 x V (fil de cuire)

pour que le fil ne buile pas.

L'electro aimant que revue avores employ, etait formé d'un barreau de fer doux cylindrique de 20 mm de diametre sur 120 mm de longueur. Le deametre du fit etait approximativement de 6/100 de mm; le nombre de tours nous était incomme. Chaque rang de spires était isolé au mica.

Il nous fallait avoir une mane en experience, dans les mêmes Conditions de volume et de distance. Nous avous pris une feuille de clinquant, façonnée par emboutissage en une petite caisse cylindrique de 20 mm de diametre, dans laquelle on mettait le ferrosilicuim pulveinse finement, et réparte en une touche uniforme. Cette caisse etait suspendue par brois fils de platine tris fines au fleau d'une balance de Becker's sous donnant le //se de nung. On equilibrait au moyen d'une petite mane de Cuivre.

ve serie d'experiences : Nous avous opire à Saturatione et lus une masse de 25 gr de ferroribicuim pesis bris exactement; on fermait le circuit el on equolibrait avec des poids additionnels.

avec le clinquaul que nous avons en, nous avons du tenir Compte de l'attraction exercei su l'ensemble de l'appareil, après avoir attende la fin de l'hystèrisis. Voice quelques chiffres sur cette action:

Caps. not paids 3.281 prids additionals 90041

" 2 - 3.628 , goolf " 3 - 2.447 , e.5033

In faisant varier à trois reprises différentes, l'intansité du Courant, tout en le maintenant Sufficant pour la Saturation nous avous obtine:

Caps. 1 0.0041 0.0043 0.0040

1, 2 0.0047 0.0048 0,0047

11 3 0.0033 0.0036 0.0031

Les valeurs du Courant en unités pratiques n'out pas été determinées ; nous avous apèré Sur un Courant de 300 Amp. x 60 volts, avec l'intermédiaire d'une resistance agueuse variable.

Nous avous alors introduct, les efgr. d'alliage et ferme le circuit (louts les experriences out ité faites à 15 mm du fer doux)

Poids additionnels:

Richesse en Si

	some second converse ys,
0.00	31. 214
S. 25	26.192
6.42	25.770
9.91	24.869
12.27	24.191
16.40	23.041
17.01	22. 873
20.18	
11	21.995
	97
22. 38	17.501
23.54	17. 222
24.33	17.026
<i>ચ</i> 7. ૨ 1	16.349
28.00	16.217
28.51	16. 101
30.08	19.728
31.48	
Theore pour 33.33 % Fe &	15.417
03.03 % 1601	20.80
11 11 avec les chy	fres de 20% 18.37
" " "	31.48 / 19.002
Voice pour deux chiffres, !	a variation Corres-
	- proudoule

aux 3 intensités d'un tableau precident:

17.01 % Si 22.873 22.877 22.872

28.51 % "16.101 16.102 16.0993

On voit que l'enreur résultant d'une variation de courant est très faible

2000 Serie d'experiences: - Ixperiences faites auce un courant plus faible et constant:

Le moyen le plus pratique ent-ité de prendre un accumulateur dans le palier de

Sa dicharge.

Nous avous su un cercuit primaire de 200 Amp. × 50 Volts, pris sur un autre de 5000 A × 200 V. par l'internédiaire d'une resistance agueuse, dérivé avec un fel long faisant fonction de resistance payant 21 meters de long et 2ºm/m de siametre) enroule' en spiris de long et 2ºm/m de siametre) enroule' en spiris et plongé dans em bac parcourue par un Courant d'au ropide, à temp. Constante voisine de 10 à 11°. Une serve de resistances aqueuss, puis mutalliques, permettait le réglage. Comme indicateur l'amperes, nons avous pris celui de M' Joh (Bull. Soc. Chim. Jamis 1901) Ou reglait le Courant de façon à ramener le niveau de l'amperemente à

em point fixe Voici un des tableaux d'experiences. Richer en Si: Poids additionnels. 0.00 3. 1823 1.25 2.9958 6.42 2.9500 2.84/3 9.91 12.27 2.7678 2.6341 16.40 2.6164 17.01 20.18 2.5178 Evolo Fe 2 1: 2.8 / (en admediant la proportionelle Cheorie pour 22.38 1.9985 23.54 1.9723 24.33 1.9499 27. 21 1.8723 28.00 1.8542 28.51 1.8410 30.08 1.7998 31.48 1.7643 Theorie pour 33.33 % (Fe Si) 2.379 ", " and by chiffer de 20% : 2.101 " 31.47% 1.717 Nous donnous les chiffes obtenus avec les echanti.

du precident tableau, ofm de lomparer. La variation d'attraction est nettement accusu par la balance, puisque pour 0, 10 % de di (28 , 28, 11%) Il y a un ecort de 13 mmg. La premiere inspection de ces deux talleaux, que nous avous traduits par une Courbe, montre une chute brusque de cette derniere, pour les valeurs voisines de 20 et 33 %. Nous avous Complèté les donneis en repetant les experiences dans d'autres Convitions el avec des fevro-silicismes à tenems voisines de ces deux chiffres. nous avous en anisi:

19.8% Li	2. 925	2.3491
20.1	2.500	2.3272
20.3	2.35	2.1869
20.4	2.29	2.1291
20.7	2.10	1.9133
21. 2	2.09	1.9001
21.5	2.03	1. 8844
22.2	2.00	1.8652
22.7	1.98	1.8432
et:	,	
31.00 % di	1.775	1.6281
31.4	1.768	1.6184

1.765

(3

31.9 1.7fo 1.6070 32.2 1.740 1.5952 33.12 1.700 1.5893 33. H 1.430 1.3110 33.9 1.250 1.1461 34.2 1.140 1.0420 34.6 1.070 0.9871 1.000 0.9174

Les chiffres des troisièmes Colonnes sont Ceux les, Ceux de la seconde ont élé ramencis par calcul proportionnel à leur valeur en egalant le poids additionnel du 1º2 terme, au poids qu'il aurait sil avait été obtenu dans le lableau général.

(es defferents chiffres out ité traduits en une Courbe, en portant en 0 x, les richerses en dilicuim, et en 0 y, les poids additionnels, multiplies par 10 dans le cas de la seme derie d'experiences, afin d'exagrer la forme de la Courbe, que l'on voit ainsi Dermir parallele à celle obtenue avec les chiffres à saturation.

On remarque dans Ces Courbes, deux points d'inflexion. L'un correspondant à Fe di et l'autre à Fe di, les porteons de la Course Comprises entre co, deux possibs étant sensiblement des droits, entre f et 20% y 20 et 33%, ce grei senstle anisi exclure l'existence entre 0 et 36.6%, que sout les points extrêmes de notre Course, d'aucun composé defini autre que le di et Fe Si.

Dans les experiences et si vous envisageons le point de vue analytique, aucune

mesure electrique n'est à foire.

Ci incluse, on prend 2 gr de ferronticuim à tenieur in connue, puelverisé finement, afin de ferronticuim à tenieur in connue, puelverisé finement, afin de ferro le rendre homogine on equilibre dous l'action magnetique; D'autre part, ou prend 2 gr d'on alliage de teneux Comme, et dans les mines Conditions d'experiences, on en fait la lecture magnetique. On iline pue la courbe, l'ordonnée Correspondant à la teneur de l'alliage Comme, et de la longueur unique par la lecture magnetique et à ce moment, on dispose de deux moyens de Coleul:

l'on peut preudre le point ou l'ordonne Coupe la Course Comme ei incluse et prover egaler la valeur invigne sur Cette course a celle lue aver l'alliage puis ramener proportionnellement a ce ropport la lecture de l'alliage incomme :

Li l'on lit:

alliage in comme : a

" Comme : b

ralem on l'ordonnei del alliage Comme Comp.

la combe donnie : C

a: x: :: b: c

ou: $\frac{a}{x} = \frac{b}{c}$ s'où $x = \frac{ac}{b}$

2. on peut tracer, commaissant b, la valeur l'attraction de l'elleage Comme, une Course parallele à celle Comme, ou fait la lecture magnetique de l'alliage incomme, a gui doine un point seu cette 2º course, ce point lorres pond à une richene en vilicum que la diagramme

permet d'obterir immédiatement. fourt

quelques reactions coloreis distinctives de quelques acides organiques.

Les reactions que nous allons exposer, perwent permettre de distinguer entre eux, les acids organiques de la terie normale, surtant les quatre premiers terms de cette terie: formique, acitique, propionique, bulijuique La recherche der deux premiers acids nous permetter ensuite de donner une coloration netters defferente pour les deux naphtols & & B. Les moyens de recherche reposent du le mode opératoire fuivant: On tracte l'acide on le Sel de l'acide par Lo4H2 Concentre en presence Loit de resorcine, soit de l'hydroquinoue, fort des magh tols. D'outes phenol, Donneus egalement des réactions Colories, mais celles que nous allors citer, pervent The operand a fivid on a chand,

on obtant dejà quelques indications

que uous completerous par l'action de l'ease el de l'ammorriagne ensuite. Dans tous les las, voici la bescription du mode operatoire qui ut le même dans tous les Cas. 2) Dans on tube a enais on met quelques Centigrammes du phenol designe, on y ajouté le produit renfermant l'acide à rechercher, puis & le melange une fois fait, ou verse une dijune de gouttes de do 411 º Concentré, en azitant, on obtent une reaction coloree on non 6) au meme tube, ou afonte sur Cm 3 de to 4H 2 x on chaiffe tres legerement et en ajitant, la mane de Colore, on porte a 180-200° el ou obrerve la Exterotion obtenue. c) On vene le produit obtenu de la façon pricedente dans 100 cm3 d'eau el ou observe la Coloration d) hefin, on afoute em ground exces d'Ammornique, 19 cm, environ I on obtent enere une reaction Ju peul the defferente.

afin dene pas nous repeter, nous Designerous les reactions par luci lettre de clanement a. b. c. d. 1: acide formique : 1º ane la résorcine : a. Cette reaction faite avec precution pour eviler la decomposition totale en Co et #20 Donne une Coloration rouge Ju disparait par l'eau, mais reparais si l'on apoute un excis de to 4H2 de Jaçon a Dishydrater partiellement. La reaction at nette di ala solution agreeise, on verse au four del'ación sulfurique Concentie, a la surface de separation, la Coloration ul tres nette. b.c.d. rien. à chand la Coloration disparait Con l'accole formique el decompose. 2° avec l'hydrogunione : a.b. c.d. rien, aucime reaction Ce que va nous permettre de re commente la presence de l'acide acetique qui Irune une coloration farme verdele 3º avec le naphtol &

a. Coloration verte chlorophylle 6 .- la Coloration S'accentue C. Il befait un preupite blime blewatie qui se dissoul en partie et lois le liqueur presque in colore (legatrosée) d. Coloration bleve verdate et fluorence blue. 40° aver be naphtol (3. -. a: Coloration rouge orange foncie. 6. La Coloration sevent rouge brun C. Pas de precipité, la liquem en blevatre legerement fluoreneut d. Lyrem incolor el fluorence ce bline comme les sets de guirnie, mais plus intense?

II: Acide actique.

1º ave la resorcine.

2. Jame pale, citron.

4. " plus foreșe"

C. Jame citron les "fluorement

d: "rouge interne, fluoremene verte

(3

2. avec l'hydroguinoue d: rien 6. faune verdatre C. rouge rubis pale do faune brun. ces reactions permettent la recherche de C'H402 dans l'a formique qui me Doine vien dons ce cas 3º ave le naphtol & d . rouge orange C: Januatre presque incolore To Segerement fluorescent. He avec le maphtol /3. 2 - Jaime citron. C. presque incolore d: fluorescence blene (quirine) acide propionique. 1' avec la résorcine. a: Jamatre 6:5 - brun rouge C: Janne cetron legere fluorenne verte

d: rose fluorence verte 20 Avec l'hydrogninoue 6 - brun vervatre C. medore legerment rose d - farme fluoreneme bleve (quince) IV. acide butyrique. 10 avec la resorcine. 2. Janne pale to . rose, puis rouge, puis brun C. Jame pale d: rose fluoreneure verte. 20 ave l'hydrogumone d - rien . 8 : Jame bun ; charbonne failement C. grisatre d . Jame hun , fluorecence blevistre . V: acide Isobutyrique. 1. avec la resorcine. d: farmatre 6. rouge

C: incolore d- incolore fluorescence verte Lion a chauffe vers 200. 300°, la reaction 6 en brun rouge c fanne madere, fillhours. verte d' rouge fluoreme verte 20 avec & hydroguinous. 2 - rien , reste incolore 6. noir verdate Cr ruin d: Jame fluorence bleve. On peul distinguer IV et V en unplayant l'oreme qui donne . 7: ande bulgrique : bum clais acides malique et maleique avec la resorcine: reaction d: acide malique: identique à l'écoure comme Coloration a maleique: rouge victeus à fluorscence blesse defferente de alle ir la динии.

rouge: a formique : (anction à une rosphert & : cela verte Cableau de defferenciation des acides : reaction C Jame: a. actique. (vaction d : varge interne. flucini verte) rouge & hum coloration reaction of: faune: coloration incolore : a isobutyvique Jame Auonnu verte: a proprovique none fluorence verte: a. butyrique roug fluorane blene : a maleigne nose flumeneme Janne: a malique

Differentiation des deux naphtols & et 3.

on med down in bube a main, guelque centigr.

du naphbol et or ajoute deux gouthes d'airich
formique, prin 1/2 cra de 40°H' Concertie:

verte: naphbol X

Coloration

faime orange naphtet B

on chareffe memes televations, plus accentine
on verse d'airs 100 cm² d'eau.

(presipile blane blessation d'eau.

presipile blane blessation

france expression flument 3 naphbol 9

pas de ppte, liques bless, legs fluri 3 naphbol 3

on ajoute de l'ammoniagne à la liqueur aqueur presidente :

flig. verdate fluorisence bleve: naphtel &),, incolore " bleve: " B

Moures

